

## 0.3T<sub>m</sub>以下の温度で照射したバナジウム合金の微細組織と機械的性質

著者	Yudi Candra
号	2444
発行年	1999
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10097/7717">http://hdl.handle.net/10097/7717</a>

氏 名	ユディ チャンドラ Yudi Candra
授 与 学 位	博士 (工学)
学 位 授 与 年 月 日	平成 12 年 3 月 23 日
学位授与の根拠法規	学位規則第 4 条第 1 項
研究科、専攻の名称	東北大学大学院工学研究科 (博士課程) 量子エネルギー工学専攻
学 位 論 文 題 目	0.3Tm 以下の温度で照射したバナジウム合金の微細組織と 機械的性質
指 導 教 官	東北大学教授 松井 秀樹
論 文 審 査 委 員	主査 東北大学教授 松井 秀樹    東北大学教授 阿部 勝憲 東北大学教授 長谷川 雅幸

## 論文内容要旨

### 1. 緒言

バナジウム合金は低放射化特性、液体リチウムとの共存性、強度特性や耐照射損傷等に優れており、核融合炉構造材料として有望視されている。400℃以上の高温で中性子照射したバナジウム合金は DBTT が約-200℃と低く、照射後も靱性に富む優れた材料である。ところが、100～200℃の低温で HFBR を用いて 0.5dpa 中性子照射した V-4Cr-4Ti で DBTT が 100℃程度まで上昇したことが最近報告されている。

本研究は低温中性子照射したバナジウム合金の脆化の原因となる照射硬化の機構に関する系統的な知見を得ること、V-Cr-Ti 合金を含むバナジウム合金の損傷組織発達過程の照射温度および照射量依存性の精度の良いデータを得ること、さらに、実験データを基にモデル計算を行い、低温照射したバナジウム合金の微細組織発達過程について要素過程を統合した描像を得ることを目的とした。

### 2. 実験方法

本研究では、純バナジウム(pureV)、バナジウム基二元合金および四元合金を用意した。バナジウム二元合金には、V-5at.%Fe、V-1Si、V-5Cr

(アンダーサイズ合金) および V-5Mo、V-5Ti、V-5Nb (オーバーサイズ合金)、四元合金には、V-4Cr-4Ti-0.1Si、V-3Fe-4Ti-0.1Si (wt.%) を準備した。

中性子照射は JMTR で、イオン照射は (4MeV の Cu<sup>2+</sup>イオン) TANDEM 型加速器で行った。

照射後、微小硬さ試験、陽電子消滅寿命測定、および透過型電子顕微鏡による観察を行った。

### 3. 中性子照射効果の温度依存性

本章は JMTR で 400℃以下で中性子照射したバナジウム合金の機械的性質変化および微細組織変化の照射温度に関する高精度のデータを得て、DBTT 上昇の機構を明らかにする上で必要な照射硬化の温度依存性についての知見を得ることを目的とする。

90℃、150℃、200℃、220℃および 340℃で中性子照射を行った。照射は数度に分けて実施されたため、照射損傷量は 0.044～0.073dpa と異なっている。

硬さ試験の結果では、90 から 200℃へ照射温度が上昇すると V-5Nb では照射温度の上昇と共に照射硬化量が減少したが、他の合金は、一般の bcc 金属とは逆に、照射温度の上昇と共に照

射硬化量が増加した。さらに 340℃へ照射温度が上昇すると Ti を含まない合金においては照射硬化量が減少した。それに対して、Ti を含む合金では 220℃から 340℃照射温度の上昇に伴い、硬化量の正の温度依存性が見られた。

一方、TEM 観察により、転位ループが観察され、90℃から 220℃までの照射温度の上昇では、V-5Nb を除く全ての合金において、転位ループのサイズおよび密度が増加した。さらに、340℃への照射温度の上昇と共に、ループのサイズが大きくなり、密度は減少した。なお、340℃照射した Ti を含む合金では高密度の微細な析出物が観察された。

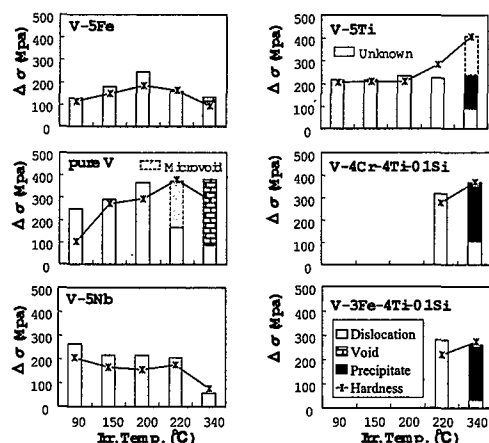


図 1 90℃～340℃照射したバナジウム合金の降伏応力増加

微細組織および照射硬化量から求めた降伏応力増加の比較は図 1 に示した。ここで、転位ループから求めた降伏応力の増加は硬度試験の結果によるものとほとんど一致している。したがって、90℃から 200℃への照射硬化の正の温度依存性は転位ループによるものと判断された。しかし、Ti を含む合金において、340℃へ照射温度が上昇すると、降伏応力の増加量はさらに大きくなった。ここで、転位ループよりも析出物による降伏応力の増加量が大きく寄与している。したがって、340℃照射した Ti を含む合金における照射硬化量の正の温度依存性は析出物

によるものと判断された。

Ti を含まない合金において、90℃から 220℃までの照射温度では、格子間原子は不純物である酸素によるトラップ効果を受けつつ拡散していると考えられ、この結果、格子間原子クラスターの形成は、移動度が十分に大きくなる高温ほど活発になると予想される。この結果、照射硬化量が正の温度依存性を示したと考えられる。さらに 220℃以上の照射温度では、格子間原子は酸素の影響を受け難くなり、格子間原子クラスターの成長が促進され、密度が減少すると考えられる。照射硬化量はこの温度域では正常な温度依存性を示したが、これがその理由と考えられる。

#### 4. 中性子照射による組織発達過程の損傷量依存性

本章は照射温度等のパラメーターを厳密に一定に保ったまま、照射量のみを系統的に変化させることにより、損傷組織および強度特性変化の照射線量依存性の正確なデータを取得することを目的とした。

220℃および 340℃、0.012～0.19dpa で照射したバナジウム合金の硬さ試験結果から、Ti を含まない合金では、照射量が増加すると、照射硬化量も増加した。それに対して、Ti が添加されることによって、340℃照射では照射量の増加にも関わらず照射硬化量はほとんど変化していないことが明らかとなった。

一方、TEM 観察により、転位ループが観察された。220℃照射では照射量の増加と共に転位ループのサイズおよび密度が増加したが、340℃照射では照射量の増加に伴い、ループのサイズが大きくなり、密度は減少した。340℃の高線量で照射した Ti を含む合金において高密度の微小な析出物が観察された。これらは IP を用いた解析により、TiO であることが明らかとなった。照射量の増加により析出物の成長が認め

られた。

微細組織および硬さ試験から求めた降伏応力増加の比較は図2に示す。Tiを含まない合金では、転位ループおよび硬さ試験から求めた降伏応力増加は概ね一致していることから、転位ループが照射硬化の主要な原因になると判断された。また、220℃で照射したTiを含む合金においても同じことが言える。しかし、340℃照射したTiを含む合金において、TiO析出物による降伏応力の増加量は転位ループによるものに比べてかなり大きい。

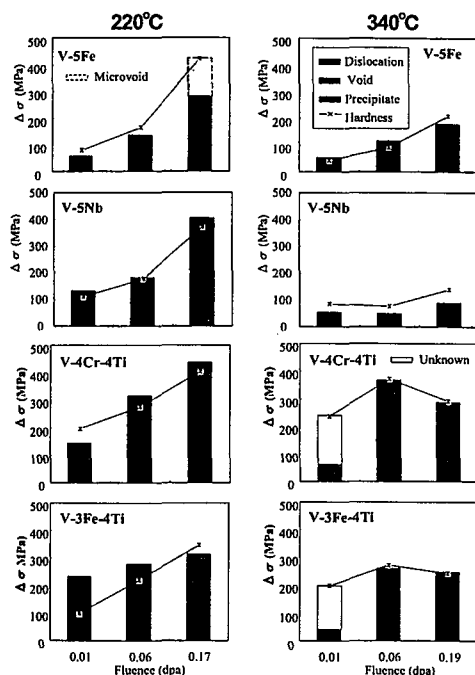


図2 220℃および340℃で照射したバナジウム合金の降伏応力増加

さらに、Zinkleらの研究では300℃以下で照射したV-4Cr-4Tiにおける脆化の主な原因は $b=a/2 \langle 110 \rangle$ の転位ループだと提案されたが[6]、本研究では低温で照射したV-5NbやV-5Tiにおける転位ループは $b=a/2 \langle 111 \rangle$ であると決定された。したがって、V-4Cr-4Tiにおける脆化の原因となる転位ループは $b=a/2 \langle 110 \rangle$ である可能性は低いことが結論された。

## 5. イオン照射

本章はTANDEM型加速器を用いて系統的な照射を行うことによって、損傷組織の照射線量依存性を調べ、損傷組織（転位、ボイド、または析出物）の発達過程を明らかにして、低温照射における脆化と欠陥形成過程との相関についての知見を得ることを目的とした。イオン照射は中性子照射と比較して、短時間で高い照射量が得られ、照射条件の設定が容易である上、照射機会が多いという利点がある。

400℃、500℃および600℃、0.01～1dpaで純バナジウムおよびV-4Cr-4Ti-0.1Siをイオン照射した結果、各照射条件で転位ループが観察された。0.01～1dpaの照射量の増加と共に、400℃照射では転位ループが核生成し、500℃および600℃照射ではループが成長した。また、500℃および600℃の高線量（0.1dpaおよび1dpa）で照射したV-4Cr-4Ti-0.1Siでは微細なTiOの析出物が高密度に観察された。

220℃～340℃の中性子照射と比較して、400℃～600℃のイオン照射による損傷組織変化の照射量および照射温度依存性はほとんど同じ傾向を示している。つまり、400℃～600℃の温度でイオン照射することにより、V-4Cr-4Ti-0.1SiではTiO析出物の形成から、脆化のピークが現われた。一方、純バナジウムでは転位ループの核形成過程が終了し、成長過程に移るので、脆化が回復すると予想される。

## 6. 数値計算による照射効果の解析

本章は前章までに求めた低温照射における脆化機構を明らかにする上で必要な微細組織発達過程の系統的な実験データを基に、モデル計算を行い、適切な点欠陥パラメーターセットを求める。また、得られたパラメーターを用いて、低温における照射効果の物理的機構を理解し、低温で照射したバナジウム合金の微細組織発達過程について要素過程を統合した描像を得るこ

とを目的とした。

220℃および 340℃、0.01~0.19dpa で中性子照射した V-5Fe、V-5Nb および V-5Ti の実験データ（第 4 章）と計算結果との比較を図 3 に示した。定量的な一致は必ずしも良くないが、照射量依存性の傾向をよく再現することができた。

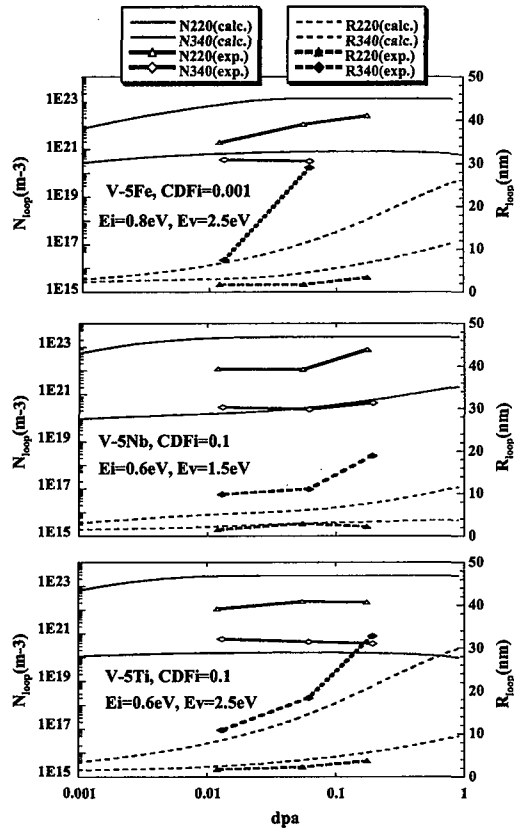


図 3 計算結果と実験データとの比較

V-5Fe の場合、大きな格子間原子の移動エネルギー  $E_i$  が得られた。これはアンダーサイズ溶質原子である鉄と格子間原子との結合が強く、長距離移動に要する活性化エネルギーが大きいことを反映していると考えられる。オーバーサイズ合金 (V-5Nb) の場合、得られたカスケード損傷下での格子間原子クラスターの生成比 (CDFi) の値がアンダーサイズ合金より大きい結果となった。そのクラスターは移動できないため、CDFi が大きければ、形成された転位ループ密度が高く、ループの成長が抑制されることを反映していると考えられる。Ti を含む合金

(V-5Ti) の場合、空孔の移動エネルギー  $E_v$  を V-5Nb より大きくすると実験データと計算結果が一致するが、この理由は明らかでなく、モデルの更なる改善が必要と考えられる。

## 7. 総括

- (1) 0.3Tm 以下で中性子照射したバナジウム合金における微細組織と強度に関する温度依存性、照射量依存性の高精度の系統的なデータを得ることができた。
- (2) 照射硬化および微細組織から求めた降伏応力増加の良い相関から、低温照射したバナジウム合金における微細組織から機械的性質変化を評価することが可能となった。
- (3) 300℃以下の照射では転位ループが照射硬化の主な原因となる。300℃以上で照射した Ti を含む合金では照射硬化量の正の温度依存性が見られ、この照射温度域で形成された高密度の微細なチタン酸化物が照射硬化の主な原因である。
- (4) 侵入型不純物である酸素が低温照射における高密度の転位ループの形成の要因である。
- (5) 計算結果と実験データと比較すると、定量的な一致は必ずしも良くないが、照射量依存性の傾向をよく再現することができた。
- (6) Ti を含む三元合金を約 400℃以下の照射環境で使用することは望ましくないことが明らかとなった。

## 審査結果の要旨

バナジウム合金は優れた低放射化、高温強度等の点から核融合炉構造材料の候補材料として有望視されている。しかしながら最近、約  $0.3T_m$  ( $T_m$  は融点) 以下の温度での照射による延性の低下が著しいことが明らかとなり、この材料を核融合炉で使用する際の重要な問題として指摘されてきている。著者は  $0.3T_m$  以下で中性子照射した V-Cr-Ti 合金を含むバナジウム合金の損傷組織発達過程の照射温度および照射量依存性の高精度のデータを得ると同時に、これを用いて低温照射における DBTT 上昇の機構を明らかにした。さらに、反応速度論に基づくモデル計算を行って上記で得た高精度のデータに適合させることにより、低温照射したバナジウム合金の微細組織発達過程について要素過程を統合した描像を得ている。本論文は、この研究成果についてまとめたもので、全文 7 章よりなる。

第 1 章は序論であり、本研究の背景および目的を述べている。

第 2 章では、本研究で用いた試料の作成法、照射実験法および照射後試験の方法に関して記述している。

第 3 章では、JMTR で  $400^{\circ}\text{C}$  以下で中性子照射したバナジウム合金の機械的性質変化および微細組織変化の照射温度依存性に関する高精度のデータを得て、その結果について述べている。ここで、照射硬化の原因となる要因について明らかにしており、DBTT 上昇の機構を理解する上で重要な結果を得ている。

第 4 章では、照射温度等のパラメーターを厳密に一定に保ったまま、照射量のみを系統的に変化させることにより、損傷組織および強度特性変化の照射線量依存性の正確なデータを取得した。これは、低温照射における脆化と欠陥形成過程との相関を明らかにする上で重要な結果である。

第 5 章では、中性子照射実験を補足する目的でイオン照射を行った。損傷速度の著しく異なる中性子照射とイオン照射による組織発達を系統的に理解することが可能となった。

第 6 章では、低温照射における脆化機構の原因となっている微細組織発達過程に関する反応速度論に基づく系統的なモデル計算を行った。計算結果に前章までに求めた高精度の実験データを適合させることにより、適切な点欠陥パラメーターセットを求めた。また、得られたパラメーターを用いて、低温における照射効果の物理的機構を理解し、低温で照射したバナジウム合金の微細組織発達過程について、要素過程を統合した描像を得ている。

第 7 章は結論である。

以上要するに本論文は、 $0.3T_m$  以下で照射したバナジウム合金における微細組織と強度に関する温度依存性、照射量依存性の高精度の系統的なデータを得て、照射硬化と微細組織変化との相関を明確化し、DBTT 上昇の機構を解明することに成功したものであり、量子エネルギー工学に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は博士（工学）の学位論文として合格と認める。